

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

~~Часть 5~~

М о с к в а, 1971 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С
ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МСХ СССР

Утверждено

Заместителем Главного санитарного
врача Союза ССР

Д.Н.Лоранским

1971 г.

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ
СРЕДЕ

Часть У.

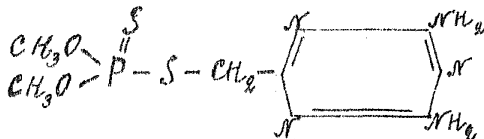
Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками
при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САЙФОСА В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ
ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ

Характеристика препарата

Сайфос - 0,0-диметил- - (4,6-диамино-1,3,5-триазинилин-2-метил) дитиофосфат



Синонимы: меназон; РР-175

П. принцип метода¹⁾

Метод основан на адсорбции паров сайфоса твердым поглотителем, извлечении из твердого поглотителя органическим растворителем и дальнейшем определении его методом хроматографии в тонком слое силикагеля. Подвижным растворителем при хроматографировании сайфоса служит смесь - ацетон: н-гексан:аммиак 15:5:8. Зоны локализации препарата обнаруживаются после обработки пластинок раствором бромфенолового синего с азотнокислым серебром с последующим обесцвечиванием фонов уксусной кислотой. Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов. Чувствительность определения 0,2 мкг в пробе. Метод специфичен в присутствии других тиофосфорных соединений (фозалона, фенкаптона, фталофоса, цидеала, тиофоса, фосфамида, метафоса и др.). Чистый препарат представляет собой белый кристаллический порошок с температурой плавления 160-162°C. Растворимость его в воде 0,1%, он трудно растворим в большинстве органических растворителей. Выпускается препарат в виде 70% смачивающегося порошка и гранул для внесения в почву.

¹⁾ Разработана М.А.Клисенко, М.В.Письменной, ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев

Реактивы и растворы

Диэтиловый эфир медицинский, ацетон х.ч., н-гексан х.ч., аммиак с удельным весом 0,9.

Силикагель ШСК или КСК, предварительно отмытый. Для этого его заливают на 18-20 часов разбавленной 1:1 соляной кислотой, затем кислоту сливают, промывают силикагель водой и кипятят его в течение 2-3 часов с разбавленной 1:1 азотной кислотой в круглодонной колбе с обратным холодильником на песочной бане. Обработанный таким образом силикагель промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции кривых вод, сушат в сушильном шкафу при температуре 180°C в течение 4-6 часов. После этого силикагель дробят и просеивают. Для хроматографирования используется силикагель просеянный через сито 100 меш. (1600 отверстий на CM^2). Для отбора проб используется силикагель зернением 1 мм. Хранят силикагель в склянках с притертыми пробками.

Фильтры АФА-ХА 18 или АФА-В 18

Крахмал растворимый

Бромфеноловый синий водонерастворимый (индикатор)

Уксусная кислота х.ч.

Азотнокислое серебро х.ч.

Проявляющий реактив: 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (ацетон-вода 8:1).

Стандартный раствор сайфоса на эфире или этиловом спирте с содержанием препарата 100 мкг/мл по действующему началу (10 мг х.ч. сайфоса или 14,3 мг 70% в 100 мл растворителя).

Приборы и посуда

Стеклоянные пластинки для хроматографирования. Пластинку размером 9x12 тщательно промывают содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении.

Перед нанесением сорбционной массы пластинку протирают спиртом.

Мерные колбы на 50 и 100 мл

Колбочки круглодонные на 50 мл

Пульверизаторы стеклянные

Камера для хроматографирования

Микропипетка или шприц для нанесения стандартных растворов.

Капиллярные пипетки для нанесения проб

Камера для опрыскивания хроматограммы

Гофрированные трубки для отбора проб воздуха на силикагель.

Патроны для фильтров при отборе проб воздуха на фильтры.

Бани водяные

Стеклянные стаканы на 50 мл

Аспиратор или воздуходувка с реометром.

Приготовление пластинок

Для приготовления сорбционной массы на 15 пластинок берут 40 г силикагеля, подготовленного как описано выше, 1 г крахмала, 125 мл дистиллированной воды. Заваривают крахмал в небольшом количестве воды (15-20 мл), дают ему закипеть, затем выливают его в остальную воду, хорошо перемешивают, засыпают силикагель и снова тщательно перемешивают. 10 г сорбционной массы наливают на пластинку и равномерно ее распределяют по поверхности. Сушат при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

Отбор пробы воздуха

Пробы воздуха на сайфос можно отбирать на фильтры АФА-ХА 1В или АФА-В-1В, а также на силикагель марки КСК или ПСК, тактиль как описано выше.

При отборе пробы сайфоса на фильтры в патрон (фильтро-держатель) закладывают один фильтр АФА-В-18 или два фильтра АФА-ХА-18.

При отборе пробы на силикагель стеклянные гофрированные трубки плотно заполняют силикагелем. Между силикагелем и стенками трубок не должно быть незаполненного пространства. Чтобы силикагель не высыпался, концы трубок закрывают латексными тампонами. После отбора пробы концы трубки на стык закрывают резиновыми трубками, закрытыми с одной стороны кусочком стеклянной палочки.

При отборе пробы 40-50 л воздуха протягивают через фильтр или силикагель со скоростью 1-1,5 л/мин.

Описание определения

Фильтр вынимают из патрона, переносят в стаканчик, приливают 10 мл эфира и хорошо палочкой перемешивают. Сливают эфир в круглодонную колбочку и повторяют экстракцию еще дважды. Эфирные экстракты объединяют, упаривают растворитель на водяной бане (температура бани не более 40°C) до небольшого объема (около 0,2 мл) и хроматографируют.

К гофрированной трубке с силикагелем присоединяют на стык небольшую воронку и промывают силикагель 80-40 мл эфира. Воронку следует присоединять к тому концу, который был соединен с аспиратором (потому при отборе проб на силикагель необходимо отмечать этот конец). Эфирные экстракты упаривают на водяной бане до небольшого объема (0,2 мл), а затем хроматографируют.

Хроматографирование

На хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки при помощи капиллярной пипетки наносят на середину пластинки исследуемую пробу в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбочку с экстрактом три раза омывает небольшими порциями эфира (по

0,2 мл), который затем также наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие 2, 5, 10 или 20 мкг препарата. Стандарты наносят микрошпательной или шприцом.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 30 мин. до разгонки налита смесь растворителей -- ацетон:н-гексан:аммиак 15:5:3 по объему. Край пластинки должен быть погружен в растворитель не более, чем на 0,5 см.

После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе до испарения растворителя. Затем пластинку опрыскивают раствором бромфенолового синего и помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при температуре 35-40°C. Затем пластинку опрыскивают 10% раствором уксусной кислоты и накрывают чистой стеклянной пластинкой. В присутствии сайфоса появляются синие пятна на желтом фоне. *R_f* сайфоса в указанных условиях хроматографирования 0,44.

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Значения *R_f* зависят от адсорбента, размера его частиц, количества и природы связующего материала, толщины слоя, природы подвижного растворителя, расстояния, пройденного растворителем, температуры и времени насыщения камеры. Поэтому следует производить определение с соблюдением постоянства перечисленных факторов.

Так как подвижный растворитель -- смесь, необходимо для каждой пластинки или каждой серии пластинок при одновременной загрузке заливать в камеру новую смесь за 30 мин. до хроматографирования.

Расчет результатов анализа производят по формуле

$$X = \frac{A}{1000 \cdot V} \quad \text{мг/л, где}$$

- X - содержание исследуемого препарата в исследуемой пробе, мг/л;
- A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартом, мкг;
- V - объем пропущенного воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
Методические указания по разработке газо-хроматографических методов анализа остаточных количеств пестицидов составлено Пивоваровым Г.А.	I
ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ	
Определение хлорорганических ядохимикатов (алдрина, гексахлорана, гептахлора, ДДТ, ДДД, ДДЭ и др.) в воде, овощах, фруктах и биологических средах методом газовой хроматографии- авторы: Гиренко Д.Б., Клисенко М.А.	II
Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах методом газовой хроматографии авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И., Моргунова А.П.	18
Колориметрический метод определения ДДТ в молоке и молочных продуктах авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И.	23
Определение остаточных количеств гексахлорбутадиена в вине, соке и воде методом газо-жидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов авторы: Пивоваров Г.А., Гар К.А., Алексеева Е.М., Тимофеева О.Н., Шварцман Г.А.	27
Спектрофотометрическое определение гексахлорбутадиена (ГХБД) в воздухе авторы: Гулько А.Г., Драновская Л.М.	33
Определение в растительных маслах ДДТ, Гамма-ГХЦГ и др. хлорорганических пестицидов авторы: Клисенко М.А., Бркова Э.Ф.,	36
Определение ДДТ, ГХЦГ, алдрина и гексахлорбензола в хлопковых вратах, обогащенных и необогащенных липидами авторы: Белова А.Б., Новикова Л.В.	38
Определение ДДТ, ГПХ и γ -ГХЦГ в почве, сахарной свекле и картофеле методом тонкослойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Грицаенко Н.Н.,	47

Колориметрический экспресс-метод определения ДДТ в корне- и клубнеплодах автор: Степиковская Л.А.	49
Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле свекле, ее ботве, масле в присутствии ДДТ и других хлорорганических пестицидов и полихлорнафта в почве авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С., Грицаенко Н.И.	58
Определение остатков ПХ в растениях методом тонко-слойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.	63
Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной хроматографии авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.	66
Определение эфирсульфоната в винограде, сое, воде вишне методом ТСХ авторы: Гослубев Т.И., Владимировна Л.Г., Колобродова Ю.М.	71
Фосфорорганические соединения	
Определение акрекса и каратана в растительных продуктах и воде авторы: Клисенко М.А., Шниткина А.М.	74
Определение бутифоса в продуктах промышленной переработки хлопка-сырца и семян хлопчатника методом тонко-слойной хроматографии авторы: Талипов Ш.Т., Джианбаева Р.Х., Халимова У.Х., Шейкина Р.И., Белобородова Н.Ф.	80
Психрографический метод определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве авторы: Патрашук Ф.И., Сорокская Л.Б.	86
Булачно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве автор: Патрашук Ф.И.	90

Определение трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии авторы: Молочников В.В., Серебренникова В.А., Мочалов В.И.	96
Определение фосфамида, антио и карбофоса в воздухе методом газо-жидкостной хроматографии авторы: Клисенко М.А., Гиренко Д.Б.	103
Определение сайфоса в воде, продуктах питания растительного происхождения, почве :: Биологическом материале авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В.	107
Определение сайфоса в воздухе методом хроматографии в тонком слое авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В.	114
Определение остаточных количеств фталофоса и фозалона в растительном материале, почве и воде авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р.	120
Качественный и количественный методы определения фозалона в яблоках, яблоневых листьях, почве и воде автор: Вылегжанина Г.Ф.	128
Определение фталофоса в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии авторы: Заболотный К.Ф., Метелица В.К., Непоклонов А.А.	133
Количественное колориметрическое определение хлорофоса в молоке автор: Степиковская Л.А.	137
Определение амидофоса в молоке и мясе авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К.	143
Определение байтекса в молоке и мясе авторы: Родэ А.П., Непоклонов А.А.	150

Биаметрический агар-диффузный метод определения фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения 156
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К.

Производные карбаматов

Колориметрический метод определения купрациана-I, купрациана-II, Манеба, Марцина, ТМТД в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах 162
авторы: Клисенко М.А., Векштейн Я.Ш.,

Экспрессное определение тетраэтилтиурамдисульфида (ТМТД) в зерне и зернопродуктах 164
автор: Николаев А.В.

Определение остаточных количеств дикрезила в биологических средах методом тонкослойной хроматографии 167
автор: Сивохин П.А.

Прочие соединения

Определение 2-метокси-3,6-дихлорбензойной кислоты методом газо-жидкостной хроматографии 172
авторы: Рыжков А.А., Гейд Ю.П., Бабин Е.П., Свириденко А.С., Чекавская Я.А.

Количественное определение дикамбы (дианата, банвена-Д) в растениях и в почве методом хроматографии в тонком слое 179
авторы: Березовский М.Н., Самосват Л.С., Никитин В.В.

Определение диурона, ливурона, монурона, пропанида, солана, фалорана в воде, почве, овощах методом хроматографии в тонком слое 184
автор: Самосват Л.С.

Колориметрический метод определения которана (пахтарона) в хлопковом масле 186
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошьян Т.В.

Качественное и количественное определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, в почве и воде авторы: Вайнтрауб Ф.П., Дронь Л.П.	193
Определение мельпрекса в воздухе авторы: Сорокина Л.В., Клисенго М.А.	199
Определение прометрина в почве, воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое автор: Дроздова О.А.	203
Определение феназона в свекле, почве и воде авторы: Эгерт В.Э., Лиелгалве А.А.	207
Определение хлората магния в препарате-дефолианте, хлопковом масле, шроте, жмыхе, семенах, ядрах семян и волокне хлопчатника авторы: Талилов Ш.Т., Жиянбаева Р.Х., Халимова У.Х., Белобородова Н.Ф.	213